

METHOD OF MANUFACTURING FINE PARTICLES AND MANUFACTURING DEVICE FOR THE SAME

Publication number: JP2003012377

Publication date: 2003-01-15

Inventor: OKANO KAZUYUKI; SHIMADA MIKIYA; SHIRAISHI SEIGO; TAI NOBUYUKI

Applicant: MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

Classification:

- international: **B02C19/06; B02C23/28; B02C23/32; C04B35/46; C04B35/628; H01G4/12; H01G4/30; H01M4/04; H01M4/58; H05K3/46; C04B35/46; B02C19/06; B02C23/18; C04B35/46; C04B35/626; H01G4/12; H01G4/30; H01M4/04; H01M4/58; H05K3/46; C04B35/46; (IPC1-7): C04B35/46; C04B35/628; B02C19/06; B02C23/28; B02C23/32; H01G4/12; H01G4/30; H01M4/04; H01M4/58; H05K3/46**

- european:

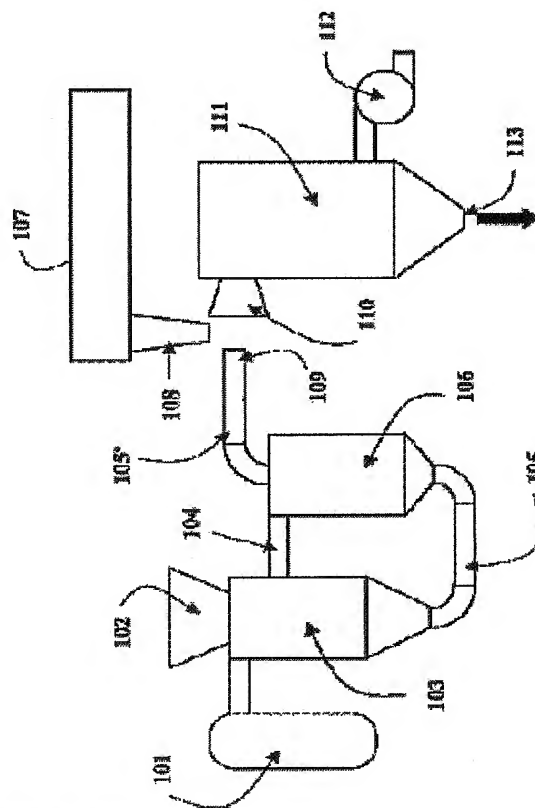
Application number: JP20010196032 20010628

Priority number(s): JP20010196032 20010628

Report a data error here

Abstract of JP2003012377

PROBLEM TO BE SOLVED: To manufacture the fine particles which are uniform in grain shape having sharp distribution curve of grain diameters, and also to provide an electronic device little in characteristic dispersion and good in manufacturing yield. **SOLUTION:** The grains of fine particles are manufactured in a way that each grain is heat treated effectively by continuously irradiating laser microwave while crushing, scattering and classifying in the air flow. The electronic device can be manufactured with a good yield, having stability in the distribution of grain size, in the shape, and in the surface state, by using the fine particles manufactured as above described.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-12377

(P2003-12377A)

(43)公開日 平成15年1月15日(2003.1.15)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
C 0 4 B 35/628		B 0 2 C 19/06	B 4 D 0 6 7
B 0 2 C 19/06		23/28	4 G 0 3 0
23/28		23/32	4 G 0 3 1
23/32		H 0 1 G 4/12	3 5 8 5 E 0 0 1
H 0 1 G 4/12	3 5 8		3 6 1 5 E 0 8 2

審査請求 未請求 請求項の数32 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2001-196032(P2001-196032)

(22)出願日 平成13年6月28日(2001.6.28)

(71)出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72)発明者 岡野 和之

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72)発明者 嶋田 幹也

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(74)代理人 100097445

弁理士 岩橋 文雄 (外2名)

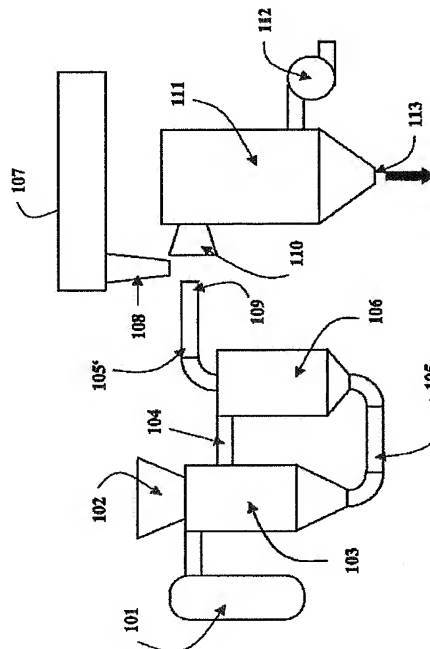
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 粉体製造方法および粉体製造装置

(57)【要約】

【課題】 粒子形状の揃った粒径分布のシャープな粉体を製造することと、その原料粉体を用いて特性バラツキが小さく、製造歩留りの良い電子デバイスを提供する。

【解決手段】 粉砕、分散、分級を気流中で行うと共に、連続してレーザかマイクロ波を照射して、粉体粒子1つずつを効率良く加熱処理することにより、粒度分布、形状、表面状態等の安定した粉体を製造し、これを用いることによって製造歩留りの良い電子デバイスが製造できる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】粗粉碎した粉体を微粉碎し、該微粉碎した粉体を乾式気流法で分級して所定の粒径範囲の粉体を取り出し、前記所定の粒径範囲以上の粉体を再び前記微粉碎する工程に戻し、前記所定の粒径範囲に分級した粉体を気流で搬送しながら加熱した後冷却し、該加熱、冷却した粉体を集めることを特徴とする粉体製造方法。

【請求項2】粗粉碎した粉体を微粉碎する際、高速気流中で粉体を搬送し、硬質板状体に衝突させるか、或いは、粉体を搬送する高速気流を対向して配置することにより、粉体同士を衝突させて微粉碎することを特徴とする請求項1に記載の粉体製造方法。

【請求項3】分級した粉体を気流で搬送しながら加熱する際、レーザ光の照射によって加熱することを特徴とする請求項1に記載の粉体製造方法。

【請求項4】照射するレーザ光が、炭酸ガスレーザもしくはYAGレーザであることを特徴とする請求項3に記載の粉体製造方法。

【請求項5】分級した粉体を気流で搬送しながら加熱する方法が、マイクロ波加熱法であることを特徴とする請求項1に記載の粉体製造方法。

【請求項6】乾式気流法で分級して所定の粒径範囲の粉体を取り出し、前記所定の粒径範囲に分級した粉体を気流で搬送しながら加熱した後冷却する際に、不活性ガス気流中で行うことを特徴とする請求項1から請求項5のいずれか1項に記載の粉体製造方法。

【請求項7】高速気流式分級機から排出される気流中に含まれる粉体にレーザ光を照射して、該照射による加熱処理にて得られた粉体を乾式微粉捕集装置にて捕集することを特徴とする粉体製造装置。

【請求項8】高速気流式分級機から排出される気流中に含まれる粉体をマイクロ波により加熱して、該加熱処理により得られた粉体を乾式微粉捕集装置にて捕集することを特徴とする粉体製造装置。

【請求項9】高速気流式粉碎機と高速気流式分級機を連結もしくは合体させ、これらに、該分級機から排出される気流中に含まれる粉体にレーザ光を照射する手段を連結し、該照射による加熱処理にて得られた粉体を、前記分級器に連結された乾式微粉捕集装置にて捕集することを特徴とする粉体製造装置。

【請求項10】高速気流式粉碎機と高速気流式分級機を連結もしくは合体させ、これらに、該分級機から排出される気流中に含まれる粉体をマイクロ波により加熱する手段を連結し、該加熱処理にて得られた粉体を、前記分級器に連結された乾式微粉捕集装置にて捕集することを特徴とする粉体製造装置。

【請求項11】高速気流式分級機から排出される気流が不活性ガスであることを特徴とする請求項7から請求項10のいずれか1項に記載の粉体製造装置。

【請求項12】セラミック組成物を仮焼した後、粗粉碎

するかもしくは微粉碎し、請求項7から請求項11のいずれか1項に記載の装置で処理してなるセラミック原料粉末を、樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてスラリーもしくはペーストを製造し、該スラリーを塗布乾燥してグリーンシートを形成し、配線、電極を具備して、積層、脱バインダ、焼成し、該ペーストを印刷して乾燥した後、脱バインダ、焼成して製造することを特徴とするセラミック電子部品。

【請求項13】平均粒子径が0.3ミクロン未満のチタン酸バリウム粉末を、請求項7から請求項11のいずれか1項に記載の装置で処理した後、微量添加物として他の酸化物粉末を混合するかもしくは該酸化物を構成する金属を含有する前駆体を混合して処理することによって誘電体組成物粉末を製造し、該誘電体組成物粉末を、樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてスラリーとし、該スラリーを塗布して乾燥したグリーンシートと内部電極を具備して積層、脱バインダ、焼成して製造することを特徴とする積層セラミックコンデンサ。

【請求項14】少なくとも1種のガラス形成酸化物を含む酸化物混合物を溶融して急冷することによりガラス塊を製造し、該ガラス塊を粗粉碎するかもしくは微粉碎し、請求項7から請求項11のいずれか1項に記載の装置で処理してなるガラスフリットと、フィラーとして他の酸化物粉末を混合してガラスセラミック組成物粉末を製造し、該ガラスセラミック組成物粉末を、樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてスラリーもしくはペーストを製造し、該スラリーを塗布乾燥してグリーンシートを形成し、配線、電極を具備して、脱バインダ、焼成し、該ペーストを印刷して乾燥した後、脱バインダ、焼成して製造することを特徴とする多層配線基板。

【請求項15】少なくとも1種のガラス形成酸化物を含む酸化物混合物を溶融して急冷することによりガラス塊を製造し、該ガラス塊を粗粉碎するかもしくは微粉碎し、請求項7から請求項11のいずれか1項に記載の装置で処理してなるガラスフリットと、フィラーとして他の酸化物粉末を混合してガラスセラミック組成物粉末を製造し、該ガラスセラミック組成物粉末を、樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてスラリーもしくはペーストを製造し、該スラリーを塗布乾燥してグリーンシートを形成し、配線、電極を具備して、脱バインダ、焼成し、該ペーストを印刷して乾燥した後、脱バインダ、焼成して製造することを特徴とするモジュール部品。

【請求項16】少なくとも1種のガラス形成酸化物を含む酸化物混合物を溶融して急冷することによりガラス塊を製造し、該ガラス塊を粗粉碎するかもしくは微粉碎し、請求項7から請求項11のいずれか1項に記載の装置で処理してなるガラスフリットを樹脂バインダを溶解した溶液に分散させて製造したペーストと、前記ガラスフリットと、フィラーとして他の酸化物粉末を混合してガラスセラミック組成物粉末を製造し、該ガラスセラミ

ック組成物粉末を、樹脂バインダを溶解した溶液に分散させて製造したペーストとを、基板上に塗布もしくは印刷して乾燥した後、脱バインダ、焼成して製造することを特徴とするプラズマディスプレイパネル。

【請求項 17】蛍光体粉体原料を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理して、スラリーもしくはペーストを製造し、該スラリーもしくはペーストを塗布もしくは印刷して乾燥した後、脱バインダ、焼成して製造することを特徴とする請求項 16 に記載のプラズマディスプレイパネル。

【請求項 18】フィラーとしての粉体原料を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理することを特徴とする請求項 14 に記載の多層配線基板。

【請求項 19】フィラーとしての粉体原料を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理することを特徴とする請求項 15 に記載のモジュール部品。

【請求項 20】フィラーとしての粉体原料を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理することを特徴とする請求項 16 に記載のプラズマディスプレイパネル。

【請求項 21】少なくとも 1 種の遷移金属酸化物を含む酸化物混合物を仮焼した後、粗粉碎するもしくは微粉碎し、請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理してなる複合酸化物粉末と、導電性付与のためのカーボン粉末を混合して、樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてペーストを製造し、該ペーストを金属箔上に塗布、乾燥した後、圧延して極板を製造することを特徴とする電池。

【請求項 22】少なくとも 1 種の遷移金属硫化物を含む硫化物混合物を不活性雰囲気中で仮焼した後、粗粉碎するもしくは微粉碎し、請求項 11 に記載の装置で処理してなる複合硫化物粉末と、導電性付与のためのカーボン粉末を混合して、樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてペーストを製造し、該ペーストを金属箔上に塗布、乾燥した後、圧延して極板を製造することを特徴とする電池。

【請求項 23】金属粉末を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理し、該金属粉末を樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてペーストもしくはインクを製造し、該ペーストもしくはインクを配線材または電極として用いることを特徴とする請求項 12 に記載のセラミック電子部品。

【請求項 24】金属粉末を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理し、該金属粉末を樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてペーストもしくはインクを製造し、該ペーストもしくはインクを配線材または電極として用いることを特徴とする請求項 13 に記載の積層セラミックコンデンサ。

【請求項 25】金属粉末を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理し、該金属粉末を樹脂バ

インダを溶解した溶液に分散させてペーストもしくはインクを製造し、該ペーストもしくはインクを配線材または電極として用いることを特徴とする請求項 14 または 18 に記載の多層配線基板。

【請求項 26】金属粉末を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理し、該金属粉末を樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてペーストもしくはインクを製造し、該ペーストもしくはインクを配線材または電極として用いることを特徴とする請求項 15 または 19 に記載のモジュール部品。

【請求項 27】金属粉末を請求項 7 から請求項 11 のいずれか 1 項に記載の装置で処理し、該金属粉末を樹脂バインダを溶解した溶液に分散させてペーストもしくはインクを製造し、該ペーストもしくはインクを配線材または電極として用いることを特徴とする請求項 16、17、20 のいずれか 1 項に記載のプラズマディスプレイパネル。

【請求項 28】金属粉末が、ニッケル、銀、パラジウム、銅、金、もしくはそれらの合金であることを特徴とする請求項 23 に記載のセラミック電子部品。

【請求項 29】金属粉末が、ニッケル、銀、パラジウム、銅、金、もしくはそれらの合金であることを特徴とする請求項 24 に記載の積層セラミックコンデンサ。

【請求項 30】金属粉末が、ニッケル、銀、パラジウム、銅、金、もしくはそれらの合金であることを特徴とする請求項 25 に記載の多層配線基板。

【請求項 31】金属粉末が、ニッケル、銀、パラジウム、銅、金、もしくはそれらの合金であることを特徴とする請求項 26 に記載のモジュール部品。

【請求項 32】金属粉末が、ニッケル、銀、パラジウム、銅、金、もしくはそれらの合金であることを特徴とする請求項 27 に記載のプラズマディスプレイパネル。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉体の製造方法とその設備装置に関するものであり、また、それによって製造した粉体を用いて製造する電子デバイスに関するものであって、粉体製造と電子デバイス製造において利用できるものである。

【0002】

【従来の技術】電子機器の小型化、高性能化に伴い、電子デバイスの実装密度をより高くすることが望まれている。それに伴って、例えば表面実装型の積層セラミックコンデンサでは、内部電極の卑金属化や、誘電体層の薄層化および高積層化などによって小型大容量の製品を安価で実現できるようになり、また、基板内にコンデンサやコイル、フィルター等の受動素子を内蔵させたモジュールも実現され、このような高実装密度の要望に応じている。

【0003】これら電子デバイスの多くは粉体原料を用

10

20

30

40

50

いて、樹脂バインダの溶液にそれを分散させたスラリーを塗工してグリーンシートを成形したり、或いは同様にペーストを作成して印刷乾燥した後、脱バインダと焼成プロセスを経て製造されるのが一般的である。従って、製造される電子デバイスの特性や信頼性のバラツキに対して、これらスラリーやペーストのレオロジー的性質の再現性や、塗工法や印刷法など工法の再現性および製造したグリーン体の密度や充填度、バインダの分布等の物性値の再現性が、その後の焼成、焼結工程の再現性と共に重要な影響を及ぼす。また、各種電子機器に用いる基板用のコンポジット材料や、リチウムイオン電池に代表される電池の正極や負極の活物質層など、スラリーやペーストを塗工して乾燥、硬化等を行い、そのまま使用に供するような電子デバイスにおいては、前述のような物性値の管理、制御が、より重要な製造上の品質管理ポイントとなる。

【0004】それ故に、例えばチタン酸バリウムや酸化チタン、或いはアルミナ、シリカといった酸化物では、ゾルーゲル法や水熱合成法に代表される液相合成法によって、微細で粒径分布や粒子の形が揃った原料粉末が開発、製造され、前述のような用途に供されている。また、金、銀、銅、パラジウム及びニッケルなどの金属においても、液相合成法や気相合成法によって同様な原料粉末が製造され、実用化されている。また、セラミック粉末を自由落下させながら炭酸ガスレーザービーム中を通過させ、球状の形が整ったセラミック粉末を製造しようとする試みが、第11回固体イオニクス講演要旨集、pp79(1984)に示されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本質的な物理化学的性質によって前述のような合成法が適用できないか、或いはそのような合成法では安価に製造できないため、粉体の仮焼法や溶融法によって合成し、それを機械的に破壊(粉碎)することによって製造せざるを得ない粉体材料もあり、これらにおいてはブロードな粒径分布や形状の不規則さ、および表面状態のバラツキ等に起因すると思われる種々の再現性不良が生じる。例えば、このような粉体材料の代表的なものとして酸化物ガラスフリットが挙げられ、これを原料として製造される電子デバイス(例えば、ガラスセラミックをベースとしたモジュール部品やプラズマディスプレイパネルなど)においては、スラリーやペーストの再現性不良による工程不良発生や信頼性不良など、歩留りの低下が起こる。

【0006】コンデンサやバリスタ、フィルター等に代表されるセラミック部品の製造においては、それぞれの所望の特性を発現させるために主成分に対して数種の添加成分を加えるのが一般的であるが、これらの反応を均一に起こさせ、さらに各成分の混合を促進するため、仮焼、粉碎が行われる。これによって、少なくとも化学成分的には均一な粉体原料が得られるが、粉碎を行うこと

によって前述のガラスフリットと同様な粒子形状、粒径分布となり、製品特性のバラツキを引き起こす原因となっている。

【0007】また、特に積層セラミックコンデンサでは、性能を向上させるための手段として原料粉末の微細化と焼結体の結晶粒子微細化が重要であるが、制御された化学的製造法によって得られた微細な原料粉末は結晶性が低く、焼成工程においてしばしば異常な粒子成長を起こす。このため、高信頼性でしかも容量の温度特性が良好な製品を実現することが困難である。

【0008】以上のような電子デバイスの構成には電極や配線部分が必要であり、この部分については金属粉末を使用して製造されるのが一般的であるが、安価な金属粉末については特に形状のランダムさが製造される製品の特性やバラツキに大きな影響を与えている。

【0009】電池においては、例えば、リチウムイオン2次電池の正極活物質としてコバルト酸リチウム等が使用されるが、これらの粉末は前述のような仮焼、粉碎法で製造されるのが一般的であるため、粒子形状や大きさの分布が塗布用スラリー、或いはペーストの物性のバラツキに影響を与え、活物質層を形成したときに、導電材料として混合されるカーボン材料の分布や接触状態が制御できず、容量やサイクル特性等の製品バラツキとなる。

【0010】また、前述の炭酸ガスレーザービーム中を自由落下させる粉体の製造法では、特に1 μ m以下の微細な粉末粒子が凝集したまま加熱されるため、製造される粉末の粒子径が1 μ m以上であって、粒子径が10 μ m以上の粒子も含まれるような粉体しか製造できないことが明らかにされている。この方法により製造された粉末を分級し、所定の粒子径範囲にある粉末を得るという製造方法も考えられるが、容易に分かるように収率が悪く、コストが上がって不利となる。

【0011】本発明は、このような課題を解決するために考案されたものであって、その目的は、粒子形状の揃った、粒径分布のシャープな粉体を製造することと、その原料粉体を用いて特性バラツキが小さく、製造歩留りの良い電子デバイスを提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】前述の課題を解決するため、本発明の粉体製造方法は、粗粉碎した粉体を微粉碎し、該微粉碎した粉体を乾式気流法で分級して設定した粒径範囲の粉体を取り出し、分級して設定した粒径範囲以上の粉体を再び前記微粉碎する工程に戻し、該設定した粒径範囲に分級した粉体を気流で搬送しながら加熱した後冷却し、該加熱、冷却した粉体を集めるという構成とした。

【0013】また、前記微粉碎する際には、高速気流中で粉体を搬送し、硬質板状体に衝突させるか、或いは、粉体を搬送する高速気流を対向して配置することによ

り、粉体同士を衝突させて微粉碎することによって行うが、この工程は実質的に粉碎を行うという意味と、また、他の方法によって既に微粉碎されている粉体に対して、機械的に凝集を解いて気流中に分散させるという意味を持つものである。

【0014】本発明の粉体製造方法で、最も特徴的であるのは、分散し、分級した粉体を気流で搬送しながら加熱する際の方法が、レーザ光の照射によるか、或いはマイクロ波加熱法によって行う構成とした部分である。これによって任意の粒径範囲に分級された粉体粒の1つ1つが熱効率良く加熱されると共に、実質的に分級装置の速度で粉体の処理速度が決まるので、極めて量産性に優れている。更に、扱うべき物質の性質に応じて加熱方法や条件を選択することにより、粉体粒1つ1つの結晶性を高めたり、溶融させて球状化させたりすることができる。使用するレーザとしては、加熱を主たる目的とする場合に限っては炭酸ガスレーザかYAGレーザがコスト、出力等の点で工業的に有利であるが、加熱に伴って化学反応を起こさせることも目的とする場合には、エキシマレーザ等のレーザも使用することができ、種々のレーザについて期待される効果を同時に実現させるために複数の異なるレーザを同時に照射させても良い。

【0015】このように、本発明の構成は、粉体粒子の分散、搬送、加熱を気流中で行うのが特徴であるので、用いる気流としても、通常の大気のみならず不活性ガスでも構成することができるため、酸化性雰囲気中での加熱によって変質するような物質の粉体であっても処理することができる。

【0016】本発明の粉体製造方法を実現する装置は、高速気流式分級機から排出される気流中に含まれる粉体に、レーザ光を照射する設備か或いは、マイクロ波により加熱する設備を連結し、その後に乾式微粉捕集装置を連結して構成される。また、高速気流式粉碎機と高速気流式分級機を連結もしくは合体させ、該分級機から排出される気流中に含まれる粉体に、レーザ光を照射する設備か、或いは、マイクロ波により加熱する設備を連結し、その後に乾式微粉捕集装置を連結して構成される。前述のように、気流として用いるガスとしては、大気か不活性ガスを使用できる構成となっている。

【0017】本発明により製造する電子デバイスは、主には粉体を樹脂バインダの溶液に分散させてスラリーもしくはペーストの形態にして成形し、これを乾燥、硬化させて特性を利用するようなものか、或いは同様に成形した後、乾燥、脱バインダおよび焼成を行って特性を発現させるという工法によって製造されるものであって、前者に属するものは電池、後者に属するものはセラミック電子部品、積層セラミックコンデンサ、多層配線基板、モジュール部品およびプラズマディスプレイパネルである。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、本発明の具体的な実施の形態を、図面を参照しながら説明する。

【0019】（実施の形態1）図1に本発明の粉体製造方法および装置の実施の形態1を示す。原料は投入孔102から投入され、コンプレッサ或いはポンペ101からガスを導入される高速気流式粉碎機103中で粉碎される。粉碎された原料は導出管105を通過して高速気流式分級機106に導かれ、ここで設定された粒径範囲の原料が導出管105'に導かれると共に、粗粉は導出管104を通過して再び気流式粉碎機103に戻される。これらの粉体処理システムは、例えば特許第3083769号公報や特開2000-317338号公報および特開平11-156224号公報等に開示され、市販されている装置を支障なく使用することができる。

【0020】次に、粉碎され、分級された原料は、気流と共にノズル109からバッグフィルタ等の乾式微粉捕集装置111に設けた吸入孔110に向かって噴射される際に、109と110の間に設けたギャップ部分で、レーザ光の発生装置107によって発生させたレーザ光を射出孔108から射出させることによって熱処理される。図中にはレーザ光の射出孔108として1つだけ示したが、粉体の種類や熱処理条件の設定のために複数の射出孔を設けても差し支えない。例えば、融点の高い物質からなる粉体を球状になるように熱処理する必要がある場合や、コスト等の関係で気流中の粉体濃度を高くする必要のある場合などには、複数の射出孔を設けたほうが好ましい。

【0021】多くの射出光を設けてより均一に照射、熱処理する場合にはファイバーによる導光技術が確立されているYAGレーザが適しているが、この場合にはレーザ出力の制限を受ける。また、前述のように異種のレーザを同時照射する場合にも、複数の射出孔を設けて行う。乾式微粉捕集装置111は、ブロワー112によって吸引され、熱処理された粉体は排出孔113から取り出される。

【0022】（実施の形態2）図2に本発明の粉体製造方法および装置の実施の形態2を示す。コンプレッサ或いはポンペ201、原料投入口202、高速気流式粉碎機203、導出管205および205'、高速気流式分級機206等からなる粉体処理システムは、実施の形態1と同様のものである。粉碎され、分級された原料は、マイクロ波発信器207で発生させ、導波管208を通過して加熱筒209中で放射されるマイクロ波によって加熱され、ブロワー211によって吸引されたバッグフィルタ等の乾式微粉捕集装置210の排出口212から取り出される。

【0023】（実施の形態3）図3に本発明の粉体製造方法および装置の実施の形態3を示す。コンプレッサ或いはポンペ301、原料投入口302、高速気流式粉碎機303、導出管305および305'、高速気流式分

級機 306 等からなる粉体処理システムは、実施の形態 1 と同様のものである。本実施形態では、導出管 305' と、ブロワー 311 によって吸引されたバッグフィルタ等の乾式微粉捕集装置 310 の間のレーザー照射部分に窓材 309 を設けた構造とし、粉碎され、分級された原料は、窓材 309 を通して入射するレーザー光によって加熱される。この窓材 309 は使用するレーザーの波長によって、その材質が規定される。本実施形態は、レーザー光処理を大気以外の雰囲気中で行う必要のある粉体に対して適用される。実施の形態 1 と同様にレーザー光の射出孔 308 は複数設けてもよく、この場合には窓材 309 もそれに応じて複数個具備される。処理された粉体は排出孔 312 から取り出される。

【0024】（実施の形態 4）図 4 に本発明の粉体製造方法および装置の実施の形態 4 を示す。本実施形態は、粉碎、分級の装置を一体化して高速気流式粉碎分級機 403 としたものであって、この部分に使用できる市販の装置としてはこのタイプが一般的であり、扱うべき粉体の種類や目的とする粒子径等に応じて支障なく使うことができる。処理された原料粉体は排出孔 411 から取り出される。なお、本実施形態においても、粉体を加熱する方法として実施の形態 2 および 3 に記載した方法も適用できるのは言うまでもない。

【0025】また、本発明の微粉碎操作については、以上の実施の形態に示した乾式気流粉碎に限るものではないので、予め他の方法で微粉碎したものを処理する場合には、図 5 に示したように微粉碎操作部分を除いた形態であっても差し支えないが、前述のように気流中に粉体を効率良く分散させるという意味合いも持たせてあるので、過粉碎されない条件で運転させるのであれば、乾式気流粉碎装置を使用した実施の形態 1 から 4 の何れかの方が好ましい結果が得られる。図 5 の場合にも、粉体を加熱する方法として実施の形態 2 および 3 に記載した方法も適用できる。

【0026】以上の実施形態に示した粉体製造方法および装置において、粉体の搬送流量や濃度および加熱装置の出力等を適当に調整することにより、種々の粉体の結晶性向上や均質化、形状制御を行うことができる。適用できる粉体の材質としては、金属およびその化合物が代表的なものとして挙げられ、更に高分子化合物等の有機物質についても、その目的に応じて適用することができる。

【0027】

【実施例】以下に実施例を用いて本発明の効果について詳しく説明する。

【0028】（実施例 1）チタン酸バリウムを主成分とし、添加物としてジルコン酸ストロンチウム、酸化マンガ、酸化ディスプロシウム、炭酸バリウムおよび酸化アルミニウムを、ジルコニアボールを媒体とするボールミルで混合した誘電体組成物を、大気中 1100℃ で仮

焼し、この仮焼生成物を同様にボールミルで粉碎、誘電体組成物粉末を製造した。この際、レーザー回折式粒度分布測定装置で粒度分布をモニターし、平均粒子径 D50 が $1 \pm 0.2 \mu\text{m}$ となるように粉碎条件を調整した。比較のため、この段階で得られた誘電体粉末を原料 A として抜き取った。

【0029】次にこの原料 A を、実施の形態 1 に示した装置で処理した。分級点の設定は $1 \mu\text{m}$ とし、加熱方法としては出力 10 kW の炭酸ガスレーザーを用い、処理量は 1 時間あたり約 5 kg とした。粉体を含む気流の、レーザーの焦点からの位置は、この粉体が加熱により揮散しない距離となるように調整した。このようにして得られた誘電体粉末を原料 B とした。

【0030】これらの操作を、同一組成、同一条件で個別に 5 回行い、原料 A および原料 B について、それぞれ 5 ロットの誘電体組成物原料を作成した。

【0031】このようにして得られた各ロットの原料 B の粒度分布は、原料 A に比べると、最大粒子径が約 $9 \mu\text{m}$ から約 $3 \mu\text{m}$ に減少し、分布としてはシャープになっていることが確認された。また、原料 B の粉体を走査型電子顕微鏡で観察すると、ペロブスカイト相の晶癖が見られるものの、ほぼ球形に近い多角形となっていることが認められ、更に、X 線回折測定によりペロブスカイト相単相からなり、他の結晶相や非晶質相は含有されていないことが確認された。

【0032】次に、ブチラール樹脂をブチルカルビトールと酢酸ブチルの混合溶剤に溶解したビヒクルに、誘電体組成物原料を分散させスラリーを作成した。分散には前述と同様にボールミルを使用した。このスラリーを離型処理した PET フィルム上にダイコーターを用いて塗布し、乾燥してグリーンシートとした。各原料ロットについて全く同条件でグリーンシートを作成したが、それらの膜厚を測定したところ、原料 A の 5 ロットについては $12.0 \mu\text{m} \sim 13.2 \mu\text{m}$ の範囲であり、同様に原料 B については $12.2 \mu\text{m} \sim 12.5 \mu\text{m}$ の範囲であった。また、 1 cm^2 あたりの誘電体量を熱重量分析で求めたところ、原料 A については $3.43 \text{ mg} \sim 3.65 \text{ mg}$ であり、原料 B については $3.51 \text{ mg} \sim 3.55 \text{ mg}$ の範囲であることが分かり、原料 A より原料 B の方がグリーンシートの特性のロット間変動が小さいことが明らかとなった。スラリーの粘性については評価しなかったが、このことから原料 B を用いたスラリーは、原料 A のスラリーよりもロット間の粘性特性が安定していたと考えられる。

【0033】これらグリーンシート上にニッケルペーストを印刷、乾燥した後、熱プレスで積層し、寸断して積層セラミックコンデンサの生チップを作成した。寸断の寸法は $2.5 \text{ mm} \times 1.5 \text{ mm}$ とした。これら生チップを脱バインダし、還元雰囲気中、最高温度 1300°C で焼成した。

【0034】ここで、原料AおよびBの各ロット約2000個中から20個ずつの焼成チップを抜き取って寸法を測定したところ、原料Aから作成した焼成チップでは、長手方向が1.94mm~2.08mmで幅方向が1.17mm~1.25mmであったのに対し、原料Bから作成したものでは、1.97mm~2.02mmと1.19mm~2.02mmであった。これによって原料Bの方が、焼成収縮率においてもロット間変動が小さくなっていることが分かった。

【0035】次に、焼成チップをSiC粉末を媒体として遊星ミル中で面取りし、電極取り出し端子としてCuペーストを塗布、窒素雰囲気中で焼成して積層セラミックコンデンサを完成した。これらの電気特性をLCRメータと絶縁抵抗計で評価した。容量の温度特性は、いずれのロットについてもJISのF特性を満足した。測定温度20℃における容量値は、各ロットについて100個のデータを取り、原料Aによる積層セラミックコンデンサでは89nF~115nFであり、原料Bによるものでは94nF~103nFであった。また、同様に50Vで測定した絶縁抵抗の値は、原料Aについては8.0×10⁹Ω~3.3×10¹⁰Ω、原料Bについては1.9×10¹⁰Ω~4.5×10¹⁰Ωであった。このように、グリーンシートの特性バラツキが小さい原料Bから作成したコンデンサでは、電気的な特性についてもそのバラツキが小さくなった。

【0036】生チップの焼成時、最高温度を変えて焼結状態や電気特性を評価したところ、原料Aによる生チップでは最高温度を1260℃まで下げたときに、ロットによっては焼結しないものが現れたのに対し、原料Bのものでは1220℃まで焼結状態のバラツキはなく、1200℃で全ロットが焼結不十分となった。従って、原料Bを使うことによって実質的に焼成温度を1220℃程度まで低下させることができると言える。

【0037】本実施例では酸化物粉末を処理したので、吸収率等の点から炭酸ガスレーザーを用いた。しかしながら特に本実施例で用いた強誘電体のような誘電損失の大きい材料の場合、マイクロ波加熱も有効であり、実施の形態2に示した装置を用いても本実施例に示したのと同じ効果が得られた。

【0038】また、本実施例では原料粉末の微粉碎をボールミルによって予め行ったが、これは従来法との比較という観点からのサンプルを得るのが目的であったためであり、量産時には仮焼後の解砕粉末を、そのまま実施の形態1に示した装置に投入して行うのがより一般的である。

【0039】本発明は、加熱によって分解しないものであれば他の酸化物系にも適用することができ、従って本実施例のような積層セラミックコンデンサだけでなく、バリスタ、サーミスタ、フィルター、コイルなどのセラミック電子部品の製造においても、本発明を利用して特

性バラツキが小さく、製造歩留りの高い製品を得ることができる。また、基板や碍子等に多用される絶縁性セラミックの原料、例えばアルミナ、フォスファイトなどにも適用することができる。なお、本実施例では粉末をスラリー化し、グリーンシートを経て製品を成形する例を示したが、揮発性の低い溶剤を用いて印刷ペーストを作成し、これを用いて成形する場合にも同様な効果が得られる。

【0040】(実施例2) 水熱合成し、仮焼して平均粒子径を0.2μmとしたチタン酸バリウム粉末を、実施の形態4に示した装置で処理した。加熱処理は、10kWの炭酸ガスレーザーを用い、実施例1と同様の条件で行った。但し、本実施例の場合はレーザーの焦点からの距離を実施例1よりも遠い位置に設定し、粉体の溶融が起こらないようにした。SEM観察により、処理前と処理後の粉体を比較したところ、両者の大きさや形状には大きな相違は認められなかった。処理したチタン酸バリウム粉末のX線回折パターンを測定し、処理前のものについてのデータと比較すると、ピーク位置には差異はなく、各ピークの半値幅が処理したものの方が狭かった。従って、処理により結晶性が向上したものと考えられる。

【0041】エタノールと水を混合した溶媒に、オルトケイ酸テトラエチル、硝酸カルシウム、硝酸バリウム、硝酸マンガン、硝酸ディスプロシウムおよび硝酸マグネシウムを溶解した溶液中に、前記処理したチタン酸バリウム粉末を分散させ、攪拌しながらアンモニア水で中和した後、ボールミルで混合、その後乾燥させ、大気中400℃で加熱して誘電体組成物を作成し、これを原料Bとした。比較のため、実施の形態4に示した装置で処理していないチタン酸バリウム粉末を用いて、同様な組成および操作で誘電体組成物を作成し、これを原料Aとした。

【0042】実施例1と同様に、これら原料を用いてスラリーを作成し、グリーンシートを成形した。厚みは双方ともに5μmとした。これらグリーンシートにニッケルペーストを印刷し、乾燥した後、加熱プレスで積層、圧着し、寸断して積層セラミックコンデンサの生チップを作成した。脱バインダ、還元雰囲気中1275℃での焼成の後、実施例1と同様に端子電極を設けて、積層セラミックコンデンサを得た。これらの電気特性を評価したところ、原料Aから作成したものでは、容量温度特性がJISのF特性とE特性の中間的な特性となり、絶縁破壊電圧がDC5VからDC95Vであって、非常に大きなバラツキを示した。これに対し、原料Bからのものでは、JISのB特性を満足し、絶縁破壊電圧もDC100VからDC125Vと安定した値を示した。研磨して化学エッチングを施した断面のSEM観察から、原料Aによる誘電体は焼結粒子径が2~8μmであるのに対し、原料Bでは0.3~0.5μmと微細であることが

分かった。

【0043】このように、本発明によれば微細な粉末の粒子径を変化させることなくその結晶性を高めることができ、それによって焼結時の反応性を制御し、微細な粒子からなる焼結体を得ることができる。チタン酸バリウムの場合、このような本発明の効果が実質的に得られるのは平均粒子径が0.3ミクロンに満たない粉体である場合であって、平均粒子径が0.3ミクロン以上の粉体の場合には、微細な粒子からなる焼結体を得るという観点からは、必ずしも本発明を適用する必要はない。また、本発明が有効となる平均粒子径の上限は、他の材料からなる粉体については、その物理化学的性質に応じて変動するものである。

【0044】従って、本実施例に示した積層セラミックコンデンサのみならず、微細な粉末の結晶性を上げることによって性能の向上が見こめるセラミック部品についても応用が可能である。

【0045】本実施例においては、炭酸ガスレーザーによる加熱だけでなく、粉体を含む気流に対して互いに120℃の角度をなして入射するように3つの射出孔405を配置したYAGレーザー（出力400W）を用いて加熱する方法も行ったが、前述と同様な結果が得られた。

【0046】（実施例3）酸化アルミニウムと酸化カルシウムを副成分として含有するホウケイ酸ガラスを、溶融法によって作成した。得られたガラス塊をハンマーミルで粗粉碎し、325メッシュのふるいを通したものを、実施の形態4に示した装置で処理し、これをガラス原料Bとした。加熱方法および条件は、実施例1と同様とした。また、分級点は2μmに設定し、処理量は1時間に約3kgで行った。従来法との比較のため、前記325メッシュのふるいを通した粉末を、乾式粉碎、分級点2μmで分級したものも作成し、これをガラス原料Aとした。ロット間変動を調べるため、これらについても実施例1と同様にそれぞれ5ロットずつ作成した。

【0047】レーザー回折式粒度分布計で両者の粒度分布を比較すると、大きな差異は認められなかったが、SEM観察によるとガラス原料Aの方は角張った不規則な形状であるのに対し、ガラス原料Bは球状もしくは角が丸くなった多角形状であることが認められた。また、ガラス原料Aでは、約0.3μm以下の微細粒子が存在し、大きいサイズの粒子に付着しているのが多く見られるが、ガラス原料Bではこのような微細粒子は観察されなかった。

【0048】ローソーダアルミナ（平均粒子径2μm）と前記ガラス原料を混合して実施例1と同様にスラリーとし、ガラスアルミナのグリーンシートを作成した。グリーンシート厚みのロット間バラツキ範囲は、ガラス原料Aを用いたものでは115μm～147μm、ガラス原料Bを用いたものでは122μm～127μmであ

り、実施例1と同様に求めた1cm²あたりのガラスセラミック量のロット間バラツキ範囲は、ガラス原料Aによるものでは17.8mg～22.4mg、ガラス原料Bによるものでは18.7mg～19.4mgであった。これから、本発明によるガラス原料Bの方が、グリーンシートの物性値バラツキが小さいことが分かった。

【0049】これらグリーンシートと配線、電極用の銀ペーストを用いて、コンデンサを内蔵したモジュール部品を作成した。配線層は両面で6層とし、配線層間の接続はグリーンシートに200μmの孔をあけて吸引しながら銀ペーストを埋め込む方法によった。内蔵するコンデンサはガラスアルミナ層1層おきに設けて督促3個とし、電極面積を変えることによって3種類の容量値となるようにした。印刷、乾燥後、実施例1と同様に熱加圧で積層し、13.0mm角に寸断した後、脱バインダ、焼成してモジュール部品とした。焼成は大気中、最高温度850℃のベルト炉によって行った。

【0050】焼成後の寸法のロット間バラツキ範囲は、ガラス原料Aによるものでは9.5mm～11.0mm、ガラス原料Bによるものでは9.5mm～10.2mmであった。また、内蔵した3種類のコンデンサの20℃、1MHzでの測定値のロット間バラツキは、ガラス原料Aによるものでは、それぞれ5.5pF～7.2pF、15.9pF～18.6pF、40.3pF～47.2pFであり、ガラス原料Bによるものでは同様に、6.3pF～6.8pF、17.5pF～18.6pF、44.8pF～47.1pFであった。このように、グリーンシートの物性値バラツキを反映して、本発明にかかるガラス原料Bより作成したモジュール部品の方が、寸法や電気的性質などの特性値のバラツキが小さい。更に特性バラツキを抑制するには、使用するローソーダアルミナについても、実施の形態4に示した装置で処理し、その粒度分布と形状を制御するのが望ましい。

【0051】本実施例では、ガラスとしてホウケイ酸ガラス、フィラーとしてアルミナを用いたが、誘電率や誘電損失といった電気的特性や抗折強度や熱衝撃特性といった機械的性質を満足させるために、他の酸化物ガラス系や結晶化ガラス系を用いてもよく、フィラーとしてもフォスフェイトやムライトといった絶縁性酸化物やチタン酸塩に代表される強誘電性酸化物等を用いることができる。

【0052】また、本実施例では3種の容量値を設定したコンデンサ部を内蔵させたモジュール部品を作成したが、本発明は、要求特性に応じてフィルターや発振子を内蔵させたモジュール部品、或いは半導体パッケージのような多層配線基板の製造にも適用することができ、特性バラツキが小さく、歩留りの良い製品を製造することができる。

【0053】（実施例4）酸化亜鉛と酸化カルシウムを副成分として含有するホウケイ酸鉛ガラスを、溶融法に

よって作成した。実施例3と同様の方法で、実施の形態4に示した装置で処理し、これをガラス原料Bとした。従来法との比較のため、実施例3と同様に乾式粉碎、分級したものも作成し、これをガラス原料Aとした。ガラスの組成は、その軟化点が530℃となるように調製した。両者の原料の粒度分布はほぼ同じで、SEM観察によって、粉末形状がガラス原料Bではほぼ球形に近く、ガラス原料Aでは実施例3と同様に角張って不規則であることを確認した。

【0054】これらA、Bのガラス原料を、エチルセルロースをタービネオールと石油ナフサの混合溶媒に溶解したビヒクルに、3本ロールミルで分散させ、フタル酸エステル(BBP)を添加して2種類の絶縁層用ペーストを作成した。また、これらガラス原料とフィラーとしてのジルコニアおよびアルミナ粉末を混合して同様に混練し、2種類のリブ形成用ペーストを作成した。

【0055】ITO透明電極をストライプ状に形成したガラス基板に、酸化ルテニウムと銀を混合したペーストと銀ペーストをストライプ状に印刷、焼成してバス電極とした。更にブラックストライプを印刷、焼成した後、前記絶縁層用ペーストを基板全面にスクリーン印刷し、乾燥して焼成した。次に、この絶縁層上に酸化マグネシウムを蒸着形成して42インチのプラズマディスプレイパネル(以下、PDPと記す)の前面板を作成した。

【0056】ガラス基板上に銀ペーストをストライプ状に印刷、焼成してデータ電極とした。この上に前記絶縁層用ペーストを基板全面にスクリーン印刷し、乾燥、焼成して絶縁層を形成した。データ電極間に、前記リブ形成用ペーストをストライプ状に都度乾燥しながら印刷積層、焼成してリブを形成し、リブ間にR、G、Bの蛍光体ペーストをストライプ印刷し、焼き付けてPDPの背面板を作成した。

【0057】前面板と背面板を位置合わせして封着し、排気した後ネオンとキセノンの混合ガスを封入して、42インチの評価用PDPを得た。言うまでもなく、ガラス原料Aを用いた絶縁層用ペーストとリブ形成用ペーストによるものと、ガラス原料Bを用いたペーストによるものの2種類を作成し、ドライバー等を接続して点灯試験を行った。その結果、ガラス原料Aを用いたペーストから作成したパネルでは約100個の点灯しないセルがあったのに対し、ガラス原料Bを用いたものでは0個であった。また、前者ではパネルの周辺部分と中央部で輝度が異なるムラが見られたが、後者ではこのようなムラはなかった。点灯試験後、これらのパネルを分解し、ガラス原料Aを用いたものについて不良箇所の分析を行ったところ、不点灯のセル部分では絶縁層の大きな気泡の存在による絶縁破壊やリブの欠けが生じていることが分かった。

【0058】また、絶縁層やリブの厚み分布(パネル全面にわたって16点をサンプリングして測定)は、ガラ

ス原料Aを用いた絶縁層用ペーストによるパネルでは、 $37\mu\text{m} \sim 45\mu\text{m}$ 、ガラス原料Aを用いたリブ用ペーストによるパネルでは、 $108\mu\text{m} \sim 133\mu\text{m}$ であったのに対し、ガラス原料Bを用いたペーストによるパネルでは、それぞれ $40\mu\text{m} \sim 42\mu\text{m}$ および $117\mu\text{m} \sim 122\mu\text{m}$ であった。このように、本発明によるガラス原料Bを用いたペーストにより、特性バラツキと不良の少ないPDPが製造できる。

【0059】また、本発明によれば、厚みバラツキを小さく、絶縁層中の残存気泡を少なくできるので、前記絶縁層の実質的な設計厚みをより薄くすることができ、従って放電電圧を下げて消費電力を削減することも可能である。また、より表示品質を向上させ、同時に歩留りを向上させるために、本実施例で用いた蛍光体ペーストに用いる粉末に対して本発明を適用したり、電極を形成する銀などの導電体粉末に本発明を適用して、それぞれペーストを作成して使用してもよい。更に、リブ形成用ペーストに用いるフィラー粉末に対しても、本発明を適用すればリブ高さのバラツキやリブ欠けなどにおいてより良い結果が得られる。

【0060】(実施例5)炭酸リチウムと水酸化コバルトをモル比で1.07:1.00となるように配合し、乾式混合した後、大気中950℃で仮焼し、これを解砕、粗粉碎してリチウム過剰のコバルト酸リチウム粉末を作成した。これを、分級点 $10\mu\text{m}$ に設定した実施の形態4に示した装置で処理し、活物質Bとした。加熱には出力10kWの炭酸ガスレーザーを用い、処理量は1時間に約6kgで行った。また、比較のため前記粗粉碎粉を乾式粉碎し、同様に分級点 $10\mu\text{m}$ で分級した粉末も作成し、これを活物質Aとした。SEM観察により活物質Aと活物質Bを比較すると、実施例1と同様の結果であることが確認された。ロット間バラツキを調べるため、いずれの活物質についても同様な操作で5ロットずつ作成した。

【0061】両者の活物質とアセチレンブラックを混合し、ポリフッ化ビニリデンをN-メチル-2-ピロリドンに溶解したビヒクルに分散させてスラリーを作成し、アルミニウム箔上に塗布、乾燥後、ローラー圧延してリチウムイオン電池の正極板を作成した。この際、各ロットから作成した活物質層の厚みバラツキを調べたところ、活物質Aから作成したものでは $\pm 11\%$ であったのに対し、活物質Bから作成したものでは $\pm 2\%$ であった。

【0062】これとは別に、同一ロットの黒鉛粉末と前記ビヒクルからスラリーを作り、銅箔上に塗布、乾燥、圧延して負極板を作成した。これらの極板を用い、通常の方法でセパレータと共に捲回し、ケースに装填した後、エチレンカーボネートとジメチルカーボネートを主成分とする溶媒にヘキサフルオロリン酸リチウムを溶解させた電解液を注入して、設計容量値1600mAhの

円筒型リチウムイオン電池を同一の条件で作成し、特性を測定した。

【0063】各ロットの正極板から作成した電池10個について、25℃で4.1V、1.6Aの充電、カットオフ電圧を2.75Vとした1.6Aの定電流放電を繰り返す充放電サイクル試験を行い、容量のバラツキ、容量保持率のバラツキなどを測定した。その結果、活物質Aから作成した電池では、初期容量のロット間バラツキが1430mAh～1690mAhであったのに対し、活物質Bによる電池では、1600mAh～1620mAhであった。また、500サイクル後の容量保持率のロット間バラツキは、活物質Aによる電池で55%～78%であったのに対し、活物質Bによるものでは79%～82%であった。

【0064】このように、本発明によって作成した活物質を使用すると、製造ロットによる特性バラツキの小さいリチウムイオン電池を製造することができる。これは、活物質粒子の形状および表面状態等が安定化するために、スラリー物性および活物質層の厚み、構造、充填率、バインダ樹脂の分布等、電池特性に影響を与える物性値が安定となるからである。

【0065】本実施例では、典型的な例としてコバルト酸リチウムで実施したが、ニッケル酸リチウム系やマンガン酸リチウム系およびそれらの固溶体を用いても、特性安定性という観点で同様な効果が得られる。また、搬送する気流として窒素を用いて遷移金属硫化物を処理することにより、本実施例と同様な特性の安定した電池が実現可能である。なお、本発明は、活物質として酸化物や硫化物或いは金属粉体を用いて極板が製造されるものであれば、本実施例に示したリチウムイオン電池に限定されるものではなく、他の電池系に対しても同様な効果を与えるものである。

【0066】（実施例6）液相還元法で作成したニッケル粉末（平均粒子径0.15μm）を、実施の形態3に示した装置で窒素気流中で処理した。この際、窓材としてセレン化亜鉛を用いて出力10kWの炭酸ガスレーザによって加熱処理を行った。このようにして作成したニッケル粉末を原料Bとし、比較のためにこの処理を行っていない液相還元法で作成したニッケル粉末を原料Aとした。これら原料粉末をSEM観察した結果、原料Aは不規則な形状を持った粉体であるのに対し、原料Bでは多面体もしくは球状の形状を持った粉体であることが分かった。

【0067】これらA、Bのニッケル粉末原料を、エチルセルロースをタービネオールと石油ナフサの混合溶媒に溶解したビヒクルに3本ロールミルで分散させ、内部電極ペーストを作成した。実施例2で製造した誘電体原料Bを用いたグリーンシートに、これら内部電極ペーストを印刷厚みを変えて印刷、乾燥した。この際、内部電極層1cm²あたりのニッケル重量（以下、塗着重量と

呼ぶ）を、測定、評価した。

【0068】次に、実施例2と同様の方法で積層セラミックコンデンサを作成し特性の評価を行った結果、原料Aから作成した内部電極ペーストによる積層セラミックコンデンサでは、塗着重量が1.0mgから0.8mgのサンプルの容量バラツキが±5%、同様に0.8mgから0.65mgのサンプルで±40%、0.65mgより少ないサンプルで容量が得られなかったのに対し、原料Bによる内部電極ペーストによるものでは、塗着重量が1.0mgから0.65mgのサンプルの容量バラツキが±5%、同様に0.65mgから0.5mgのサンプルで±40%、0.5mgより少ないサンプルで容量が得られなかった。即ち、原料Bによる内部電極ペーストを用いた方が、塗着重量が少なく、実質的に内部電極の厚みが小さい積層セラミックコンデンサを安定に製造できることが分かった。

【0069】従って、本発明による内部電極ペーストによれば、1層あたりの厚みが小さく高積層の積層セラミックコンデンサを特性バラツキを小さく製造することができる。このような効果は気相還元法によるニッケル粉末を用いても得ることができるが、本実施例のポイントは安価な液相還元法によるニッケル粉末を加工することによって同等の効果を得るという点にあり、本発明は積層セラミックコンデンサの高容量化だけでなく、低コスト化に対して有効である。

【0070】なお、本実施例では積層セラミックコンデンサの内部電極としてニッケル粉末について述べたが、本発明は、配線や電極材料として多用される金、銀、銅、パラジウムおよび銀パラジウム合金等の粉末についても、低コスト化と高精度化や低抵抗化といった高性能化の観点で有効であって、実施例3や実施例4に述べたような電子デバイスにも適用できる。また、本発明は、特に金と銀の粉末について、焼成型ではない溶剤乾燥型や樹脂硬化型の導電ペーストにも適用することができ、部品実装や面実装型の部品、メンブレンスイッチ、樹脂多層基板および電解コンデンサなどの製造にも応用することができる。

【0071】

【発明の効果】以上に述べたように、本発明の粉体製造方法および装置によれば、粉碎、分散、分級を気流中で行うと共に、連続してレーザかマイクロ波を照射して、粉体粒子1つずつを効率良く加熱処理することができ、粒度分布、形状、表面状態等の安定した粉体を製造できる。これによって、製造歩留りや性能等の安定した電子デバイスを提供することができ、粉体製造分野と電子デバイス製造分野における効果は大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の粉体製造方法および粉体製造装置の実施の形態1を示すブロック図

【図2】本発明の粉体製造方法および粉体製造装置の実

19

施の形態2を示すブロック図

【図3】本発明の粉体製造方法および粉体製造装置の実施の形態3を示すブロック図

【図4】本発明の粉体製造方法および粉体製造装置の実施の形態4を示すブロック図

【図5】本発明の粉体製造方法および粉体製造装置の他の実施形態を示すブロック図

【符号の説明】

101, 201, 301, 401, 501 コンプレッサーもしくはポンプ

102, 202, 302, 402, 502 原料投入口

103, 203, 303 高速気流式粉碎機

104, 204, 304, 105, 105', 205,

205', 305, 305', 406, 504 導出管 *

20

* 106, 206, 306, 503 高速気流式分級機

107, 307, 404, 507 レーザ光の発生装置

108, 308, 405, 506 レーザ光の射出孔

109, 407, 505 ノズル

110, 408, 508 吸入孔

111, 210, 310, 409, 509 乾式微粉捕集装置

112, 211, 311, 410, 510 ブロー

113, 212, 312, 411, 511 排出口

10 207 マイクロ波発信器

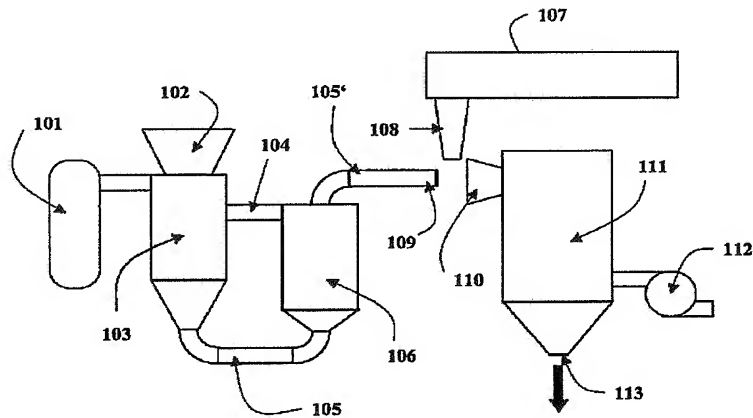
208 導波管

209 加熱筒

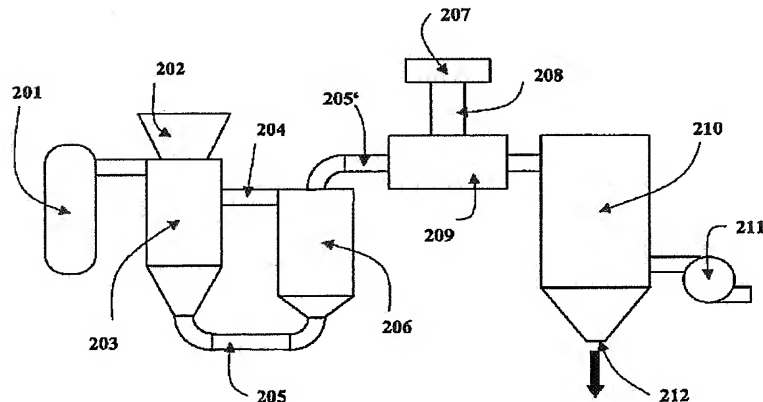
309 窓材

403 高速気流式粉碎分級機

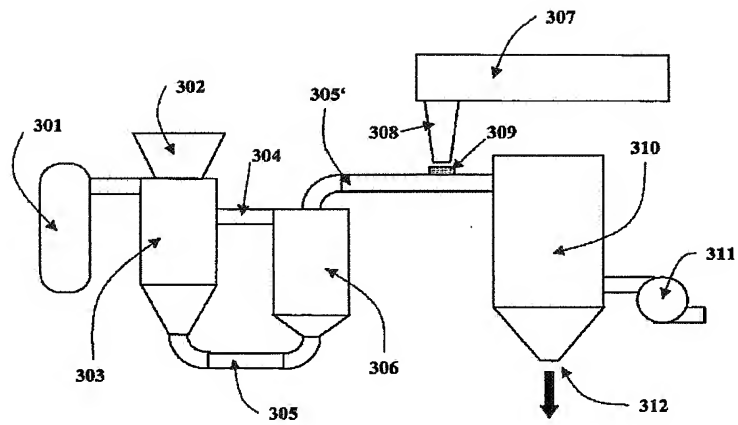
【図1】



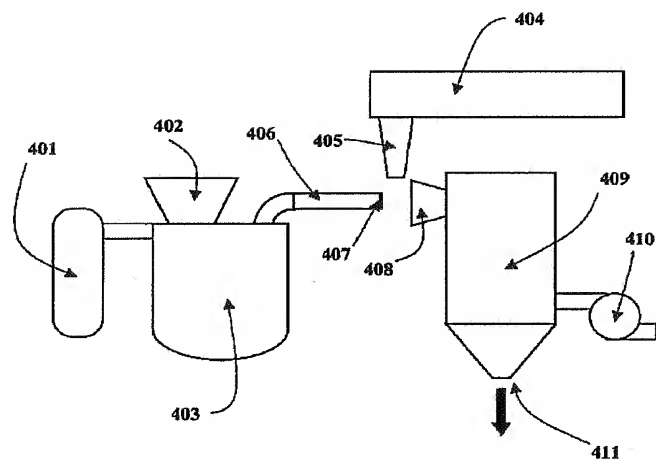
【図2】



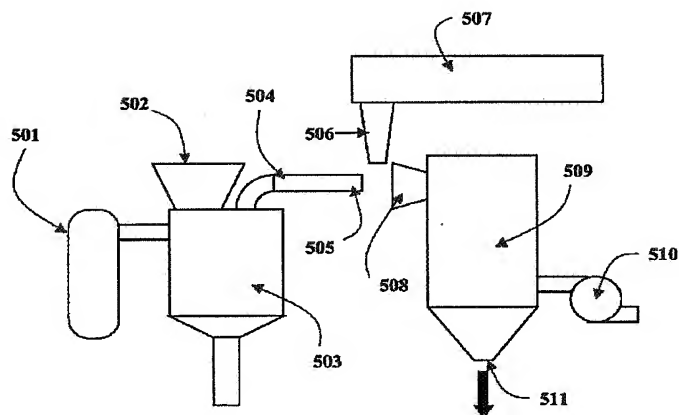
【圖 3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード (参考)
H 0 1 G 4/12	3 6 1	H 0 1 G 4/30	3 1 1 Z 5 E 3 4 6
	3 1 1	H 0 1 M 4/04	A 5 H 0 5 0
H 0 1 M 4/04		4/58	
		H 0 5 K 3/46	H
H 0 5 K 3/46		C 0 4 B 35/46	D
// C 0 4 B 35/46		35/00	B

(72)発明者 白石 誠吾
 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
 産業株式会社内

(72)発明者 田井 伸幸
 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
 産業株式会社内

F ターム (参考) 4D067 CA02 CA03 EE07 EE22 EE32
 GA07 GA08 GA10 GB10
 4G030 AA09 AA10 AA11 AA16 AA17
 AA25 AA36 BA09 CA01 CA04
 CA08 GA01 GA03 GA08 GA14
 GA17 GA20 GA26 GA27
 4G031 AA05 AA06 AA07 AA11 AA12
 AA19 AA29 BA09 CA01 CA04
 CA08 GA03 GA04 GA10 GA11
 5E001 AB03 AC10 AE02 AH01 AH09
 AJ01 AJ02
 5E082 AB03 FF05 FG04
 5E346 AA12 AA15 AA38 BB01 CC18
 CC31 DD02 DD34 EE24 EE29
 GG03 GG04 HH33
 5H050 AA19 BA16 BA17 CA08 CA09
 DA04 DA10 DA11 EA08 GA02
 GA03 GA05 GA10 GA22 GA27
 GA29